

PATENT  
037110.53241US

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

Applicant : Olaf Boese et al

Serial No.: Not Yet Assigned

Filed : March 3, 2004

Title: METHOD FOR REMOVING TRIFLUOROETHANOL FROM  
LIQUIDS

**CLAIM OF CONVENTION PRIORITY**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Priority is hereby claimed based on the following foreign patent application:

Federal Republic of Germany  
Application No. DE 101 43 170.8,  
Filed September 4, 2001,

and it is respectfully requested that the instant application be accorded the benefit of the filing date of said foreign application pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119.

In support of this claim, a duly certified copy of said foreign application is submitted herewith.

Respectfully submitted,



J. D. Evans  
Registration No. 26,269

March 3, 2004  
Crowell & Moring LLP  
1001 Pennsylvania Avenue, N.W.  
Washington, D.C. 20004-2595  
(202) 624-2500

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

---



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 101 43 170.8  
**Anmeldetag:** 04. September 2001  
**Anmelder/Inhaber:** Solvay Fluor und Derivate GmbH,  
Hannover/DE  
**Bezeichnung:** Trifluorethanolabtrennung  
**IPC:** C 07 B, B 01 D, C 07 C

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 11. Juli 2002  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'H. M. S.', is written over the printed text 'Der Präsident Im Auftrag'.

Agurks

### Zusammenfassung

Trifluorethanol kann aus organischen Flüssigkeiten, die mit Trifluorethanol verunreinigt sind, dadurch abgetrennt werden, daß man die verunreinigte Flüssigkeit mit Molekularsieb einer Porengrößen im Bereich von 0,5 bis 1,0 nm, z. B. mit Molekularsieb 13X, kontaktiert. Auf diese Weise kann beispielsweise Trifluoressigsäuretrifluorethylester oder Bis(trifluorethyl)carbonat gereinigt werden.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Entfernung von Trifluorethanol aus organischen Flüssigkeiten, die mit Trifluorethanol verunreinigt sind, dadurch gekennzeichnet, daß man die verunreinigten organischen Flüssigkeiten mit Molekularsieb einer Porengröße von 0,5 bis 1 nm kontaktiert.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Ester des Trifluorethanol einsetzt, die mit Trifluorethanol verunreinigt sind.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man mit Trifluorethanol verunreinigte Ester der Kohlensäure oder von Carbonsäuren reinigt.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man mit Trifluorethanol verunreinigte Ester der Essigsäure, Propionsäure und Butancarbonsäure, die bevorzugt durch mindestens 1 Fluoratom substituiert sind, reinigt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man mit Trifluorethanol verunreinigte Ester der Kohlensäure, der Trifluoressigsäure, der Pentafluorpropionsäure oder der Heptafluorbutansäure reinigt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Molekularsieb 13X, welches einer Porengröße von 0,85 nm aufweist, einsetzt.

Solvay Fluor und Derivate GmbH  
30173 Hannover

## Trifluorethanolabtrennung

### Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Abtrennung von Trifluorethanol aus organischen Flüssigkeiten.

Trifluorethanol kann als Lösungsmittel verwendet werden, es kann auch als Baustein in der chemischen Synthese, beispielsweise zur Herstellung von Estern, die ihrerseits dann als Lösemittel oder Synthesebaustein brauchbar sind, verwendet werden. Organische Flüssigkeiten können deshalb, beispielsweise herstellungsbedingt oder als Folge von Zersetzungsreaktionen, Trifluorethanol enthalten. Die Abtrennung des Trifluorethanol gestaltet sich in der Technik oft schwierig. Beispielsweise kann der Gehalt sehr niedrig sein, so daß bei einer Destillation Verluste an Ausbeute der organischen Flüssigkeit auftreten. Mit manchen organischen Flüssigkeiten, beispielsweise mit dem Trifluoressigsäuretrifluorethylester, bildet Trifluorethanol ein Azeotrop und kann deshalb destillativ überhaupt nicht abgetrennt werden. Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein einfaches und wirksames Verfahren zur Abtrennung von Trifluorethanol (2,2,2-Trifluorethanol) aus organischen Flüssigkeiten anzugeben. Diese Aufgabe wird durch die folgende Erfindung gelöst.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Entfernung von Trifluorethanol aus organischen Flüssigkeiten, die mit Trifluorethanol verunreinigt sind, sieht vor, daß man die verunreinigten organischen Flüssigkeiten mit Molekularsieb einer Porengröße von 0,5 bis 1 nm kontaktiert.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann im Prinzip für beliebige organische Flüssigkeiten verwendet werden, wobei der anzuwendende Druck keine Rolle spielt. Vorteilhaft ist es natürlich, das Verfahren bei Umgebungsdruck durchzuführen. Der Fachmann kann leicht feststellen, ob das erfindungsgemäße Verfahren, angewendet auf eine bestimmte organische Flüssigkeit, funktioniert. Er entnimmt einfach nach z. B. einer oder zwei Stunden eine Probe und überprüft diese gaschromatographisch daraufhin, ob der Gehalt an Trifluorethanol sich verringert hat.

Bevorzugt wendet man das erfindungsgemäße Verfahren auf Ether und besonders auf Ester des Trifluorethanol an, die mit Trifluorethanol verunreinigt sind. Bevorzugt entfernt man das Trifluorethanol aus mit Trifluorethanol verunreinigten Estern der Kohlensäure oder von Carbonsäuren. Bevorzugte Carbonsäureester, die erfindungsgemäß gereinigt werden, sind Ester der Essigsäure, Propionsäure, Butancarbonsäure, Pentancarbonsäure, Hexancarbonsäure und Heptancarbonsäure. Die genannten Ester können beispielsweise durch Halogenatome, vorzugsweise mindestens 1 Fluoratom, oder andere Substituenten wie C1-C4-Alkoxygruppen substituiert sein. Ganz besonders bevorzugt reinigt man Trifluorethylester der Kohlensäure, der Trifluoressigsäure, der Perfluorpropionsäure oder der Perfluorbutansäure.

Ganz besonders bevorzugt als Molekularsieb ist Molekularsieb 13X, welches eine Porengröße von 0,85 nm besitzt.

Die Abtrennung wird zweckmäßig bei Umgebungstemperatur durchgeführt, man kann aber auch bei niedrigerer Temperatur, beispielsweise bei Temperaturen bis zu 0 °C oder darunter, oder auch bei höheren Temperaturen, gewünschtenfalls bis hin zum Siedepunkt der organischen Flüssigkeit oder des Trifluorethanol, arbeiten.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist folgende Vorteile auf:

Die wasserfreie Entfernung von Trifluorethanol in organischen Flüssigkeiten und Lösungsmitteln ist möglich, ohne das eine destillative Trennung nötig ist. Das Molekularsieb kann durch Dekantieren oder Filtrieren entfernt werden, wobei das Verfahren über einen weiten Konzentrationsbereich anwendbar ist. Die zu reinigende organische Flüssigkeit wird nicht kontaminiert. Da kein Wasserzusatz nötig ist, ist das Verfahren auch bei hydrolyseempfindlichen Substanzen anwendbar.

Es eignet sich besonders für die Anwendung von Lösungsmitteln, die in hoher Reinheit in der Elektrotechnik, beispielsweise als Elektrolytlösemittel für Lithiumionen-Batterien oder für Doppelschichtkondensatoren benötigt werden.

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung weiter erläutern, ohne sie in ihrem Umfang einzuschränken.

### Beispiele

#### Beispiel 1:

Reinigung von Trifluoressigsäuretrifluorethylester

Aufgrund einer Bildung eines Azeotrops konnte Trifluorethanol nicht destillativ aus Trifluoressigsäuretrifluorethylester abgetrennt werden. Zur Entfernung des Trifluorethanol (0,479 Flächen-%, GC) aus Trifluoressigsäuretrifluorethylester (10 g;  $196 \text{ g mol}^{-1}$ ; 0,051 mol) wurde jeweils eine Probe mit je 1 g Molekularsieb kontaktiert. Die entsprechenden Gehalte an Trifluorethanol nach der Behandlung können der Tabelle 1 entnommen werden.

Tabelle 1: Gehalte an Trifluorethanol (GC, Flächen-%) in Trifluoressigsäuretrifluorethylester nach Behandlung mit verschiedenen Molekularsieben

| Beispiel | verwendetes Molekularsieb | Kontaktzeit 1 h<br>Gehalt TFE<br>[Flächen-%] | Kontaktzeit 10 h<br>Gehalt TFE<br>[Flächen-%] |
|----------|---------------------------|--|---|
| 1.1.     | Molekularsieb 4A          | 0,455  | 0,435   |
| 1.2.     | Molekularsieb 5A          | 0,377  | 0,100   |
| 1.3.     | Molekularsieb 13X         | 0,205  | 0,021   |

Beispiel 2:

Reinigung von Bis(trifluorethyl)carbonat

Bis(trifluorethyl)carbonat (10 g;  $226 \text{ g mol}^{-1}$ ; 0,044 mol) mit einem Gehalt an Trifluorethanol von 2,47 % (GC, Flächen-%) wurde mit 1 g Molekularsieb 13X kontaktiert. Der Gehalt an Trifluorethanol betrug nach 2 h 0,82 % und nach 12 h 0,27 %.

Die Beispiele zeigen, daß Molekularsieb 13X besonders gut zur Abtrennung von 2,2,2-Trifluorethanol geeignet ist.